

PAT-NO: JP402184021A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 02184021 A

TITLE: METHOD OF FORMING  
PHOSPHORUS BORON ALLOY FILM

PUBN-DATE: July 18, 1990

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

SUGINO, SHIGEJI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

FUJITSU LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP01004285

APPL-DATE: January 11, 1989

INT-CL (IPC): H01L021/205, H01L021/316

## ABSTRACT:

**PURPOSE:** To obtain a P-B film whose composition ratio is 1:1 by introducing **phosphine and diborane** onto a substrate to be grown being placed in a reaction chamber, and heating this substrate and irradiating the substrate with **ultraviolet** rays so as to decomposing this gas by heat and light.

**CONSTITUTION:** An Si substrate 3 is put, as a substrate to be grown, on a substrate holder 2 inside a reaction chamber 1, and this is heated to 600-800°C by heater 4, and  $\text{PH}_3$ ,  $\text{B}_2\text{H}_6$  is introduced from a reaction gas introduction port 1A into the reaction chamber 1 and is exhausted from an exhaust port 1B. Ultraviolet rays are applied from the light source 5 of a high pressure mercury

lamp to the Si substrate  
vertically through an ultraviolet ray transmitting  
window 1C made of synthetic  
quartz. Hereby, making use of  $\text{PH}_3$   
dissociating about 100 times easily  
by ultraviolet ray irradiation as compared with  
 $\text{B}_2\text{H}_6$ , P-B  
coupling can be formed easily even under low  
temperature.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報(A)

平2-184021

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 平成2年(1990)7月18日

H 01 L 21/205  
21/316

X

7739-5F  
6810-5F

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑥ 発明の名称 燐硼素合金薄膜の形成方法

⑦ 特 願 平1-4285

⑧ 出 願 平1(1989)1月11日

⑨ 発 明 者 杉 野 林 志 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社  
内

⑩ 出 願 人 富士通株式会社 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

⑪ 代 理 人 弁理士 井 桁 貞一

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

燐硼素合金薄膜の形成方法

## 2. 特許請求の範囲

ホスフィン(PH<sub>3</sub>)とジボラン(B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)を反応室内に置かれた被成長基板上に導入し、該基板を加熱し且つ該基板に紫外線を照射してこれらのガスを熱及び光分解して燐硼素合金(P-B)薄膜を該基板上に堆積することを特徴とする燐硼素合金薄膜の形成方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔概要〕

燐硼素合金薄膜の形成方法に関し、

燐硼素合金薄膜の組成比を1:1に形成して、組成の完全な薄膜を得ることを目的とし、

ホスフィン(PH<sub>3</sub>)とジボラン(B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)を反応室内に置かれた被成長基板上に導入し、該基板を加熱し且つ該基板に紫外線を照射してこれらのガスを

熱及び光分解して燐硼素合金(P-B)薄膜を該基板上に堆積するように構成する。

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は燐硼素(P-B)合金薄膜の形成方法に関する。

燐硼素合金薄膜はバンドギャップが広く、絶縁膜や、シリコン(Si)とのヘテロ接合形成材料として有望視されている。

## 〔従来の技術〕

従来のP-B膜の形成は、気相成長(CVD)法により、燐(P)及び硼素(B)を含む原料ガス、例えばホスフィン(PH<sub>3</sub>)とジボラン(B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)を基板上に導入し、基板を、例えば1000℃に加熱してこれらのガスを熱分解してP-B膜を基板上に堆積していた。

## 〔発明が解決しようとする課題〕

従来のCVD法によれば、硼素に比べ燐の蒸気圧

が高いため燐の存在比が大きくなり、燐と硼素の組成比を1:1に形成することは難しかった。

本発明は燐硼素合金薄膜の組成比を1:1に形成して化学量論的に完全な組成の薄膜を得ることを目的とする。

#### (課題を解決するための手段)

上記課題の解決は、ホスフィン( $\text{PH}_3$ )とジボラン( $\text{B}_2\text{H}_6$ )を反応室内に置かれた被成長基板上に導入し、該基板を加熱し且つ該基板に紫外線を照射してこれらのガスを熱及び光分解して燐硼素合金(P-B)薄膜を該基板上に堆積する燐硼素合金薄膜の形成方法により達成される。

#### (作用)

従来の熱反応のみのCVDにおいては、成長温度における燐の上記圧が硼素に比べ極めて高いため、P-B結合の形成が難しかった。

本発明は、 $\text{PH}_3$ が $\text{B}_2\text{H}_6$ に比べて紫外線照射により100倍程度容易に解離することを利用して、低

形成ができた。

第2図は実施例と従来例の成長温度に対するP/Bの存在比を示す図である。

図より、従来例ではP-B膜の組成比が1:1を示さないが、実施例によるとP-B膜の組成比が1:1を示す成長温度は比較的低温(850~1100℃)の範囲で得られていることがわかる。

#### (発明の効果)

以上説明したように本発明によれば、組成比を1:1のP-B膜が得られた。

即ち、完全な組成の薄膜を得ることができ、種々の半導体素子の絶縁膜や、接合の形成に応用でき、素子の信頼性を高めることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例を説明する装置の模式断面図。

第2図は実施例と従来例の成長温度に対するP/Bの存在比を示す図である。

温下においてもP-B結合が容易に形成できるようにしたものである。

#### (実施例)

第1図は本発明の一実施例を説明する装置の模式断面図である。

図において、反応室1内に基板ホルダ2上に被成長基板としてSi基板3を載せ、これをヒータ4により600~800℃に加熱し、反応ガス導入口1Aより反応室1内に $\text{PH}_3$ を30 ml/min、 $\text{B}_2\text{H}_6$ を20 ml/minの流量で導入し、排気口1Bより排出する。

このときの反応室1内の圧力は大気圧から100 Torr程度の間が適当である。

Si基板3に垂直に、高圧水銀灯の光源5より合成石英製の紫外線透過窓1Cを通して紫外線(波長184.9 nmを中心とする)を100 mW/cm<sup>2</sup>の強度で照射する。この際、紫外線透過窓1Cの厚さは5 mm、光源と基板間の距離は10 mmとした。

この結果、堆積速度100 nm/minでP-B膜の

図において、

1は反応室、

1Aは反応ガス導入口、

1Bは排気口、

1Cは紫外線透過窓、

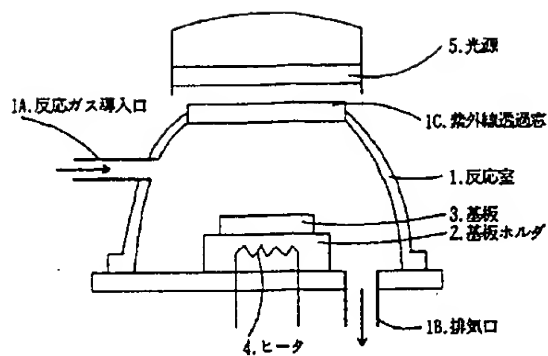
2は基板ホルダ、3は被成長基板でSi基板、

4はヒータ、5は光源

である。

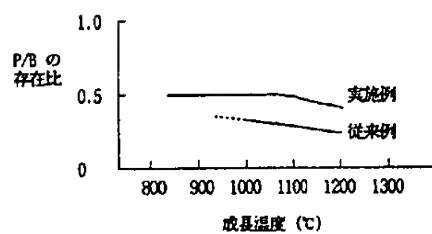
代理人 弁理士 井桁貞一





実施例を説明する装置の模式断面図

第 1 図



実施例と従来例の成長温度に対する  
P/B の存在比の関係

第 2 図

PAT-NO: JP402157069A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 02157069 A

TITLE: SURFACE TREATMENT OF  
POROUS BASE MATERIAL

PUBN-DATE: June 15, 1990

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

KIRIYAMA, YOSHIYUKI

MORIGA, KAZUSUKE

MATSUDA, MITSUHIRO

SHINOHARA, TOSHIO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

DAINIPPON TORYO CO LTD

N/A

APPL-NO: JP63281104

APPL-DATE: November 7, 1988

INT-CL (IPC): B05D007/00, B05D007/24

US-CL-CURRENT: 427/514

## ABSTRACT:

PURPOSE: To carry out surface treatment which is curable sufficiently down to a deep layer by applying an **ultraviolet** coating type material containing an acyl **phosphine** oxide compound as of a photo-initiator onto a porous base material.

CONSTITUTION: A **ultraviolet** copolymerizing vehicle and acyl **phosphine** oxide are used as essential components as an **ultraviolet** curing type coating material, and if necessary, a color dyeing pigment, a solvent, an additive and the like are blended with therein. A porous base



material is coated and impregnated with said ultraviolet curing type coating material, and ultraviolet rays are irradiated to cure a coating film. The coating material impregnated into the inside of the porous material can be cured by including an acyl phosphine oxide compound, and accordingly defective adhesion properties, bleeds, pinholes or the like to be caused by defective curing can be prevented.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報(A)

平2-157069

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>B 05 D 7/00  
7/24

識別記号

3 0 1 B  
T

庁内整理番号

8720-4F  
8720-4F

⑬ 公開 平成2年(1990)6月15日

審査請求 有 請求項の数 2 (全6頁)

⑭ 発明の名称 多孔質基材の表面処理方法

⑮ 特 願 昭63-281104

⑯ 出 願 昭63(1988)11月7日

⑰ 発 明 者 桐 山 義 行 兵庫県神戸市長田区御屋敷通3-1-3-1209  
 ⑱ 発 明 者 森 賀 一 介 大阪府茨木市稲葉町7-12-202号  
 ⑲ 発 明 者 松 田 充 弘 大阪府茨木市平田2丁目4-16  
 ⑳ 発 明 者 篠 原 稔 雄 京都府相楽郡加茂町南加茂台15-2-1  
 ㉑ 出 願 人 大日本塗料株式会社 大阪府大阪市此花区西九条6丁目1番124号  
 ㉒ 代 理 人 弁理士 中 村 稔 外8名

## 明 細 書

1. 発明の名称 多孔質基材の表面処理方法
2. 特許請求の範囲
- (1) 多孔質基材に光反応開始剤としてアシルフォスフィンオキサイド化合物を含む紫外線硬化型塗料を塗布し、紫外線を照射し、塗膜を硬化させる、多孔質基材の表面処理方法。
- (2) 前記紫外線硬化型塗料のビヒクル成分がアクリルウレタンオリゴマーを主成分とすることを特徴とする請求項(1)記載の多孔質基材の表面処理方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## &lt;産業上の利用分野&gt;

本発明は多孔質基材を強化したり、多孔質基材表面に上塗塗料を塗布あるいはラミネート加工する際の密着性等の改良、ブリードの発生防止、ピンホール等の塗膜欠陥発生を防止するための多孔質基材の表面処理方法に関する。

## &lt;従来の技術及びその解決すべき課題&gt;

基材表面もしくは表面から内部に小孔、空隙、細溝あるいは導管等が多数介在する多孔質基材、例えば表面が荒い紙や布等においては防水や物理的強度を持たせる目的で、また木質板やセメント板等においては防水や上塗塗料を塗装したり、ラミネート加工する際、密着性、平滑性等を持たせるなどの各種目的で基材表面(及び内部)に樹脂液、プライマー塗料、シーラー等の表面処理剤を塗布、含浸せしめ、硬化させる方法が多く行なわれている。しかしながら、従来知られている表面処理剤は、硬化するまで通常数十分間~数日間かかり、硬化時間が長いという問題点があり、さら

に基材表面が多孔質なため表層と深層の硬化状態がしばしば異なり、いずれか一方が不十分な硬化状態下においてその上に塗料を塗布したり、ラミネート加工した場合、密着性不良やブリード等が発生することがあった。

そこで、近年、紫外線硬化型塗料を表面処理剤として使用し、紫外線照射により数秒間～数十秒間という短時間で塗膜を硬化させる方法も採用されるようになってきている。

しかしながら、紫外線硬化型塗料を使用する方法も多孔質基材の内部に含浸した塗料は、照射された紫外線が多孔質内部までには達し難く、また達しても光エネルギーの強度の低下が大きく、深層は硬化しにくい。そのため、硬化時間は短縮出来るものの、前記欠陥は相変わらず解消されないなど問題となっていた。

本発明者等はこのような問題点に鑑み、紫外線硬化型塗料を多孔質基材に適用しても表層はもちろん、深層まで充分硬化する方法を開発すべく鋭意検討した結果、本発明に至ったものである。

<課題を解決するための手段>

本発明は、多孔質基材に光反応開始剤としてアシルフォスフィンオキサイド化合物を含む紫外線硬化型塗料を塗布、含浸し、紫外線を照射し、塗膜を硬化させる多孔質基材の表面処理方法に関するものである。

即ち、紫外線硬化型塗料に使用される通常の多くの光反応開始剤では多孔質内部の深層に含浸した塗料は充分硬化しなかったが、予想外にも前記アシルフォスフィンオキサイド化合物を使用することにより充分硬化することを見出し、本発明を完成させたものである。

以下、本発明について詳述する。

本発明で使用する紫外線硬化型塗料は紫外線重合性のビヒクル、光反応開始剤であるアシルフォスフィンオキサイドを必須成分とし、さらに必要に応じ着色染料、体質顔料、溶剤、添加剤等を配合せしめたものである。

前記ビヒクル成分としては分子内にラジカル重合可能な不飽和二重結合を有する化合物が使用出

3

来る。具体的には通常の紫外線硬化型塗料に使用されている不飽和ポリエステル系樹脂、不飽和アクリル系樹脂、不飽和ウレタン系樹脂、不飽和エポキシ系樹脂、不飽和ポリアミド系樹脂あるいはこれら樹脂とエチレン性不飽和基を有する反応性希釈剤との混合物が代表的なものとして挙げられるが、特に後加工性、リコート性、すなわち紫外線照射条件幅の広い状態でも層間密着性の優れた、また硬化性（速乾性）のよい以下のビヒクルが好適である。

該ビヒクルは、アクリルウレタンオリゴマーを主成分とするものであり、該アクリルウレタンオリゴマーは分子中にウレタン結合を有し、かつラジカル重合可能な不飽和二重結合を有する平均分子量数百～数万程度の常温で粘糊状のものが広く包含される。

例えば、ポリイソシアネートと水酸基を有する（メタ）アクリル酸エステルとの反応によって得られるオリゴマーの他にポリエーテル系アクリルウレタンオリゴマー、ポリエステル系アクリルウ

4

レタンオリゴマー、ポリブタジエン系アクリルウレタンオリゴマー等も挙げられる。

具体的にはトルエンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、キシレンジイソシアネート、これらの異性体あるいは通称のポリイソシアネートとポリエステルポリオール、ポリオキシメチレングリコール、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシプロピレングリコール、カプロラクトンポリオール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトールなどとの反応生成物であるイソシアネート末端を有する化合物等のポリイソシアネート（特に好ましくは無黄変型ポリイソシアネート）と水酸基及び不飽和基を有する化合物との反応生成物等が挙げられる。前記水酸基及び不飽和基を有する化合物としてはヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、ヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、グリシジル（メタ）アクリレート等が代表的なものとして挙

5

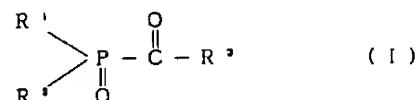
6

げられる。

ビヒクルはこれらアクリルウレタンオリゴマーと反応性希釈剤とからなる。反応性希釈剤としては2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、イソボルニル(メタ)アクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、1,6-ヘキサンジオールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ジトリメチロールプロパンペンタアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、酢酸ビニル、N-ビニルピロリドン、ジメチル(メタ)アクリルアミド、ビニルトルエン、ジビニルベンゼン等が代表的なものとして挙げられ、これら反応希釈剤はアクリルウレタンオリゴマー100重量部に対し、50～500重量部配合するのが好適である。

前記光反応開始剤はアシルフォスフィンオキサイド化合物である。このアシルフォスフィンオキ

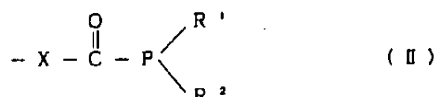
サイド化合物は以下の一般式で示される化合物である。



〔式中、 $\text{R}^1$ は炭素数1～6を有する線状または分枝アルキル基、総炭素数6～12を有するシクロヘキシルー、シクロペンチルー、アリールー、ハロゲンー、アルキルー、またはアルコキシ置換アリール基、またはSーまたはNー含有5ーまたは6ー員複素環式基(ほかに炭素原子を含有する)を表わし； $\text{R}^2$ は $\text{R}^1$ の意味を有し、そして $\text{R}^1$ および $\text{R}^2$ は同一でも異種でもよく、または炭素数1～6を有するアルコキシ基または総炭素数6～12を有するアリールオキシ基またはアリールアルコキシ基を表わし、または $\text{R}^1$ および $\text{R}^2$ は、それらが結合されるリン原子と一緒に炭素数2～12を有する環部分を形成し；そして $\text{R}^3$

7

は炭素数2～18を有する線状または分枝アルキル基、炭素数3～10を有する脂環式基、フェニル基またはナフチル基、またはSー、Oー、またはNー含有5ーまたは6ー員複素環式基(ほかに炭素原子を含有する)を表わし、 $\text{R}^3$ 基は1以上の置換基、または基：



(式中、 $\text{R}^1$ および $\text{R}^2$ は前に定義の通りである)を有し、そしてXはフェニレン基または炭素数2～6を有する脂肪族または脂環式二価の基を表わし、 $\text{R}^1 \sim \text{R}^2$ の1以上はオレフィン性不飽和であってもよい]

アシルフォスフィンオキサイド化合物は前記ビヒクル成分100重量部に対し、0.1～5重量部、特に好ましくは0.2～3重量部配合するのが適当である。

8

場合により $\alpha$ 、 $\alpha$ -ジメチル $\alpha$ -ヒドロキシアセトフェノン、ヒドロキシシクロヘキシルアセトフェノン、ベンジルジメチルケタール、 $\alpha$ 、 $\alpha$ -ジメチル $\alpha$ -モルホリンアセト-p-メチルチオフェノン、 $\alpha$ 、 $\alpha$ -ジエチル $\alpha$ -ジメチルアミノアセト-p-モルフォリノフェノン等の通常の光反応開始剤を併用することも可能である。

着色染料や体質顔料は、基材の強化という意味では必ずしも配合する必要はないが、多孔質基材表面の平滑性改良、着色化という意味では配合するのが望ましい。

前記着色染料としては通常は無機・有機染料が使用出来る。具体的には、酸化チタン、硫化亜鉛、亜鉛華、鉛白、リトボン、カーボンブラック、油煙、紺青、フタロシアニンブルー、群青、カーミンFB、黄鉛、亜鉛黄、ハンザイエロー、オーカー、ベンガラ、不溶性重金属アゾ染料等が代表的なものとして挙げられる。特に本発明においては、紫外線吸収率の小さな硫化亜鉛、油煙、群青、フタロシアニンブルー、カーミンFB、黄

9

10

鉛、オーカー、ベンガラ、不溶性金属アゾ染料等が好適である。なお、着色顔料の配合量は生成塗膜中40重量%以下が適当であり、下限は所望する塗膜の隠蔽力や着色力に応じ任意に決定される。

必要に応じて配合される前記体質顔料としては珪酸塩、タルク、カオリン、硫酸バリウム、炭酸カルシウム等が代表的なものとして挙げられる。

また、前記溶剤は塗装粘度を適度に調整するために使用されるものであり、トルエン、キシレン、アセトン、メチルエチルケトン、酢酸エチル等が代表的なものとして挙げられる。

なお、塗装粘度は含浸のしやすさから1.5ポイズ以下、好ましくは1.0ポイズ以下のものが望ましい。

次に本発明の紫外線硬化型塗料を使用した、多孔質基材の表面処理方法につき説明する。

本発明における多孔質基材とは基材表面もしくは表面から内部に小孔、空隙、細溝あるいは導管等が多数介在する有機もしくは有機系材料であり、

一般的に液状物に接すると吸込みやすい性質を有する基材である。具体的には珪酸カルシウム板、木毛セメント板、コンクリート板、石膏ボード、ガラス繊維板等の無機系基材；合板、パーティクルボード等の木質板；表面が荒い紙や布等が代表的なものとして挙げられるが、これらに限定されるものではない。

このような多孔質基材表面にフローコーター、ロールコーター、スプレー、浸漬等の塗布手段により前記紫外線硬化型塗料を全面塗布、含浸させる。

次いで必要に応じ数十秒間～数分間セッティングもしくはフラッシュオフ後、紫外線を照射し塗膜を硬化させる。

なお、紫外線を照射するのに用いられる光源としては低圧水銀灯、高圧水銀灯、メタルハライドランプ、カーボンアーク灯、キセノンランプ、ケミカルランプ等が使用される。

入力は、基材の多孔質の状態等により任意に出来るが通常80w/cm以上、好ましくは120w

1 1

/cm以上で、光源は特に前記メタルハライドランプが好適である。

このようにして表面処理された多孔質基材は、そのままで製品としたり、あるいは上塗塗料を塗布したり、パターン紙やシート類をラミネート加工等することにより製品とすることが出来る。

上塗塗料としては、アクリルウレタン系、アミノアルキド系、ラッカー系等の有機溶剤型塗料；アクリル系、エチレン酢ビ系等の水性塗料；不飽和ポリエステル系、アクリルウレタン系、アクリルエポキシ系等の紫外線硬化型塗料など各種塗料を使用することが出来る。

ラミネート加工する場合は、酢ビ系、アクリル系、合成ゴム系、エポキシ系などの接着剤を介して行なう。

#### < 発明の効果 >

本発明は光反応開始剤としてアシルフォスフィンオキサイド化合物を含む紫外線硬化型塗料にて多孔質基材表面を処理しているので、従来の紫外線硬化型塗料では不可能とされていた、多孔質内

1 2

部まで含浸した塗料を硬化させることが出来、その結果塗膜硬化不良による密着性不良やブリード、ピンホール等の発生を防止することが出来、画期的な多孔質基材の表面処理方法といえる。

#### (実施例)

以下、本発明を更に実施例により詳細に説明する。なお、実施例中「部」は重量基準で示す。

#### 〔アクリルウレタンオリゴマー(Ⅰ)の調製〕

イソホロンジイソシアネート1モルと2-ヒドロキシエチルアクリレート2モルとを常法により付加反応させ、平均分子量約500のアクリルウレタンオリゴマー(Ⅰ)を調製した。

#### 〔アクリルウレタンオリゴマー(Ⅱ)の調製〕

1,6-ヘキサジオール2.1モル、エチレンジリコール1モル及びアジピン酸2.4モルを縮合反応させ、分子量約1000のポリエステルを製造した。該ポリエステル1モル、イソホロンジイソシアネート2モル、2-ヒドロキシエチルアクリレート2モルとを常法により付加反応させ、平均分子量約1700のポリエステル型アクリルウレ

1 3

1 4

タンオリゴマー (Ⅱ) を調製した。

〔アクリルエポキシオリゴマー (Ⅲ) の調製〕

ビスフェノール A 型ジエポキシ化合物〔油化シエポキシ社製商品名「エピコート 828」分子重約 380〕1 モルとアクリル酸 2 モルとを常法により付加反応させ、酸価 20 のアクリルエポキシオリゴマー (Ⅲ) を調製した。

#### 実施例 1

アクリルウレタンオリゴマー (Ⅰ)	50 部
2-エチルヘキシルアクリレート	50 部
2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルフォスフィンオキシサイド	3 部
酢酸ブチル	20 部

カサ比重 0.8 の珪酸カルシウム板に上記配合からなる紫外線硬化型塗料をエアスプレーにて 80 g/m<sup>2</sup> 塗布し、60℃、1 分間フラッシュオフ後メタルハライドランプ (入力 120 W/cm<sup>2</sup>) 下方 100 mm の位置より通過スピード 15 m/min にて通過させ紫外線照射により塗膜を硬化させた。基材表面はタックのない状態であった。

次いで軽く研磨して毛羽取りをした後、有材溶

1 5

基材表面はタックのない状態であり、木目紙は艶が出た。

次いで酢ビ系エマルジョン接着剤を塗布、乾燥させた合板に前記処理した木目紙をホットプレスした。

得られた化粧板を基材まで届く 1 mm 巾ゴバン目を 100 個カットし、セロハンテープ剝離テストしたところ 100/100 であり、密着性良好であった。

#### 実施例 3

実施例 2 において紫外線硬化型塗料成分としてアクリルウレタンオリゴマー (Ⅱ) の代りにアクリルエポキシオリゴマー (Ⅲ) を配合する以外は同様にして化粧板を作った。

得られた化粧板は実施例 2 と同様の優れた外観を有していた。また、密着性試験も 97/100 と多少劣っていたが実用上支障のない密着性を有していた。

#### 実施例 4

実施例 2 において紫外線硬化型塗料をエアース

剤型アクリルウレタン系白色エナメルをエアースプレーにて 100 g/m<sup>2</sup> 塗布し、80℃、20 分間乾燥させた。

仕上った塗板は平滑であり、また基材まで届く 4 mm 巾ゴバン目を 25 個カットし、セロハンテープ剝離テストをしたところ 25/25 であり、密着性良好であった。

#### 実施例 2

アクリルウレタンオリゴマー (Ⅱ)	40 部
フェノキシアクリート	30 部
N-ビニルピロリドン	30 部
2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルフォスフィンオキシサイド	2 部
α,α-ジメチル-α-ヒドロキシアセトフェノン	1 部

60 g/m<sup>2</sup> の木目印刷された薄葉紙に上記配合からなる紫外線硬化型塗料をロールコーターにて 40 g/m<sup>2</sup> 塗布し、1 分間セッティング後、メタルハライドランプ (入力 120 W/cm<sup>2</sup>) の下方 100 mm の位置より通過スピード 7.5 m/min にて通過させ紫外線照射により塗膜を硬化させた。

1 6

プレーにして 80 g/m<sup>2</sup> 塗布する以外は同様にして化粧板を作った。

得られた化粧板は光沢と肉持感が向上し、鏡面仕上げとなり、密着性試験も 100/100 であり密着性良好であった。

#### 比較例 1

実施例 2 において紫外線硬化型塗料成分として光反応開始剤である 2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルフォスフィンオキシサイドの代りに α,α-ジメチル-α-ヒドロキシアセトフェノンのみ 3 部配合した紫外線硬化型塗料を使用する以外は同様にして化粧板を作った。

得られた化粧板は実施例 2 と同様の優れた外観を有していた。しかしながら密着性試験は 0/100 であり、密着性不良であった。

#### 実施例 5

アクリルウレタンオリゴマー (Ⅱ)	40 部
1,6-ヘキサンジオールジアクリート	60 部
2,6-ジメトキシベンゾイルジフェニルフォスフィンオキシサイド	3 部

1 7

1 8

炭酸カルシウム 50部

酢酸ブチル 30部

比重0.6の中比重繊維板に上記配合からなる紫外線硬化型塗料をエアースプレーにて80g/m<sup>2</sup>塗布し、60℃、1分間フラッシュオフした後メタルハライドランプ（入力120w/cm）の下方100mmの位置より通過スピード15m/minにて通過させ、紫外線照射により塗膜を硬化させた。

次いで#320サンドペーパーにて表面を研磨して平滑にした後、有材溶剤型アクリルウレタン系白色エナメルをエアースプレーにて100g/m<sup>2</sup>塗布し、80℃、20分間乾燥させた。

仕上がった塗板は平滑であり、また基材まで届く2mm巾ゴパン目を50個カットし、セロハンテープ剝離テストをしたところ50/50であり、密着性良好であった。

#### 比較例 2

実施例5において紫外線硬化型塗料成分として光反応開始剤である2,6-ジメトキシベンゾイルジフェニルフォスフィンオキシサイドの代りにベン

ゾフェノン3部及び10部をそれぞれ配合した紫外線硬化型塗料を使用する以外は同様にして塗板を得た。

得られた塗板は実施例5と同様平滑であったが、密着性試験したところ繊維板表層部の破壊が生じ、密着性が不良であった。